

## Bibliographic Fields

## Document Identity

(19)【発行国】  
日本国特許庁(JP)  
(12)【公報種別】  
特許公報(B2)  
(11)【特許番号】  
特許第3401072号(P3401072)  
(45)【発行日】  
平成15年4月28日(2003. 4. 28)  
(43)【公開日】  
平成7年7月11日(1995. 7. 11)

## Filing

(24)【登録日】  
平成15年2月21日(2003. 2. 21)  
(21)【出願番号】  
特願平5-343256  
(22)【出願日】  
平成5年12月17日(1993. 12. 17)  
【審査請求日】  
平成12年8月3日(2000. 8. 3)

## Public Availability

(45)【発行日】  
平成15年4月28日(2003. 4. 28)  
(43)【公開日】  
平成7年7月11日(1995. 7. 11)

## Technical

(54)【発明の名称】  
ポリイソブチレンエマルジョン  
(51)【国際特許分類第7版】  
C08L 23/22  
C08K 5/10  
/(C08L 23/22  
71:02 )  
【FI】

(19) [Publication Office]  
Japan Patent Office (JP)  
(12) [Kind of Document]  
Japanese Patent Publication (B2 )  
(11) [Patent Number]  
Patent No. 3401072 number (P3401072 )  
(45) [Issue Date]  
Heisei 15 year April 28 day (2003.4 . 28)  
(43) [Publication Date of Unexamined Application]  
1995 July 1 1 day (1995.7 . 11)

(24) [Registration Date]  
Heisei 15 year February 2 1 day (2003.2 . 21)  
(21) [Application Number]  
Japan Patent Application Hei 5 - 343256  
(22) [Application Date]  
1993 December 17 days (1993.12 . 17)  
{Request for Examination day}  
2000 August 3 days (2000.8 . 3)

(45) [Issue Date]  
Heisei 15 year April 28 day (2003.4 . 28)  
(43) [Publication Date of Unexamined Application]  
1995 July 1 1 day (1995.7 . 11)

(54) [Title of Invention]  
**POLYISOBUTYLENE EMULSION**  
(51) [International Patent Classification, 7th Edition]  
C08L 23/22  
C08K 5/10  
C08L 23/22 /  
71: 02)  
[FI]

**JP3401072B2**

**2003-4-28**

C08L 23/22

C08K 5/10

C08L 71:02

【請求項の数】

1

【全頁数】

7

(58)【調査した分野】

(Int. Cl. 7, DB名) C08L 23/22 C08K 3/00 - 13/08

(65)【公開番号】

特開平7-173346

**Parties**

**Assignees**

(73)【特許権者】

【識別番号】

000231682

【氏名又は名称】

新日本石油化学株式会社

【住所又は居所】

東京都千代田区内幸町1丁目3番1号

**Inventors**

(72)【発明者】

【氏名】

片瀬 晴久

【住所又は居所】

神奈川県横浜市保土ヶ谷区天王町2-42-2  
-2-524

(72)【発明者】

【氏名】

金井 栄

【住所又は居所】

神奈川県平塚市東八幡1-1-21

C08L 23/22

C08K 5/10

C08L 71:02

[Number of Claims]

1

[Number of Pages in Document]

7

(58) [Field of Search]

(International Class 7, DB name) C08L 23/22 C08K 3/00 - 13/08

(65) [Publication Number of Unexamined Application (A)]

Japan Unexamined Patent Publication Hei 7 - 17 334 6

(73) [Patent Rights Holder]

[Identification Number]

231,682

[Name]

**NEW NIPPON PETROCHEMICALS CO. LTD. (DB  
69-057-7689 )**

[Address]

Tokyo Prefecture Chiyoda-ku Uchisaiwai-cho 1-3-1

(72) [Inventor]

[Name]

Katase Haruhisa

[Address]

Kanagawa Prefecture Yokohama City Hodogaya-ku heaven  
Wang town 2 - 42 - 2 - 2 - 524

(72) [Inventor]

[Name]

Kanai Sakae

[Address]

Kanagawa Prefecture Hiratsuka City Higashi Yawata 1 - 1 -  
21

## Agents

(74)【代理人】

(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

【識別番号】

[Identification Number]

100062225

100062225

【弁理士】

[Patent Attorney]

【氏名又は名称】

[Name]

秋元 輝雄

Akimoto Teruo

【審査官】

[Examiner]

三谷 祥子

Mitani Sachiko

## Claims

(57)【特許請求の範囲】

(57)[Claim(s)]

【請求項 1】

[Claim 1]

(A) 粘度平均分子量1～7万のポリイソブチレン	100重量部あたり	、
polyisobutylene of (A ) viscosity average molecular weight 1~70,000	per 100 parts by weight	—
(B) 一般式 (I) で表される数平均分子量1, 500～80, 000のポリオ		
polio of number-average molecular weight 1,500~80,000 which is displayed with (B ) General Formula (I )		
キシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマー	～40重量部	
キシ ethylene polyoxypropylene block polymer	- 40 parts by weight	

(式中、a、b、c はそれぞれ 1～700 の範囲の整数である)および

(In Formula, a, b, c is integer of range 1 - 700 respectively. )  
And

(C) ショ糖脂肪酸エステル 1～20 重量部

(C ) sucrose fatty acid ester 1 - 20 parts by weight

からなる固型分が1～75 重量%であって残りが水からなるポリイソブチレンエマルジョン。

solids content which consists of polyisobutylene emulsion, where remainder consists of the water from 1 - 75 weight%

## Specification

【発明の詳細な説明】

[Description of the Invention]

【0001】

[0001]

【産業上の利用分野】

[Field of Industrial Application]

本発明は、粘度平均分子量1万～7万のポリイソブチレンの水性エマルジョンに関し、さらに詳しくは、エマルジョン型化粧品、医薬品、農薬、粘接着剤、繊維または織物の防水剤、柔軟剤などの基材として有用なポリイソブチレンエマルジョンに関する。

this invention regards aqueous emulsion of polyisobutylene of viscosity average molecular weight 1 0,000~70,000, furthermore details regard useful polyisobutylene emulsion as emulsion type cosmetics、medical drug、pesticide、adhesive、fiber or water repellent、plasticizer or other group material of woven article.

【0002】

[0002]

【従来の技術】

[Prior Art]

ポリイソブチレンは衛生上安全な化合物とされ、化粧品、例えばヘアスタイリング剤、ローション、クリームベースポリマーや医療用薬材、例えばハップ剤の粘着剤ベースポリマーなどに用いられている。

また上記の如き用途に使用する際、例えば基材にポリイソブチレンを塗布する際などにはエマルジョンタイプの方が操作が容易である。

そして、より高分子量のポリイソブチレンになるほど、エマルジョンタイプであるほうが扱いやすく望ましい。

【0003】

従来、高分子量のポリイソブチレンのエマルジョンとしては、その乳化剤としてショ糖脂肪酸エステルとポリアルキレングリコールモノアルキル(またはアルケニル)エーテルを用いたエマルジョン(特開昭 58-208341 号公報)、ショ糖脂肪酸エステルとポリオキシエチレンソルビタンモノ脂肪酸エステルまたは分岐型ドデシルベンゼンスルホン酸塩とを用いたエマルジョン(特開昭 59-122534 号公報)など、ショ糖脂肪酸エステルと各種乳化剤との組合せて使用するものが提案されている。

ここで、ショ糖脂肪酸エステルは食品衛生上安全とされている乳化剤であり、しかもその乳化性能も良好であるので好ましい乳化剤である。

【0004】

一方、ポリイソブチレンエマルジョンには当然安定性が必要であるが、特に酸性あるいは高温下での安定性が要求される。

酸性下における安定性の問題は、エマルジョンの用途によって、または用いる乳化剤の種類によって酸を添加する必要があるところから派生するものである。

すなわち、エマルジョンの用途によっては、防腐剤、抗菌剤、殺菌剤、防ばい剤などを添加する必要があるが、これらの中にはエマルジョンの pH によって、これら薬剤の効力が著しく低下するものもある。

例えば、防腐剤として安息香酸、サリチル酸、ソルビン酸、デヒドロ酢酸などが添加されるが、これらの中には、pH が低い状態でなければその効力が利かないものもある。

そのために、エマルジョンに pH 調整剤として塩酸、クエン酸、酢酸などの酸を添加することにより所望の pH に調整することが行われている。

polyisobutylene makes safe compound on hygiene, is used for base polymer and themedical application medicine material of cosmetics, for example hair styling agent, lotion, cream and adhesive base polymer etcof for example poultice.

In addition when as description above using for application, when thecoating fabric doing polyisobutylene in for example substrate etc, emulsion type operation iseasier.

And, from one which is an extent and a emulsion type which become the polyisobutylene of high molecular weight to handle is more desirable easily.

[0003]

Until recently, as emulsion of polyisobutylene of high molecular weight, sucrose fatty acid ester and emulsion which uses polyalkylene glycol monoalkyl (Or alkenyl ) ether (Japan Unexamined Patent Publication Showa 58-208341 disclosure ),combining with sucrose fatty acid ester and various emulsifier such as sucrose fatty acid ester and emulsion (Japan Unexamined Patent Publication Showa 59-122534 disclosure ) which uses polyoxyethylene sorbitan mono fatty acid ester or branched type dodecylbenzene sulfonate as emulsifier, those which you use are proposed.

Because here, sucrose fatty acid ester with emulsifier which on the foodstuff hygiene is made safe, furthermore emulsifiability talent is satisfactory, itis a desirable emulsifier.

[0004]

On one hand, naturally stability is necessary in polyisobutylene emulsion , but theespecially acidic or stability under high temperature is required.

problem of stability in under acidic, with application of the emulsion, or is something which derives from place where it has thenecessity with kind of emulsifier which is used to add acid.

With application of namely, emulsion, it is necessary to add antiseptic, antibiotic, microbicide, antitime agent etc, but with pH of emulsion, there are also somewhere effectiveness of these drug decreases considerably among these.

benzoic acid, salicylic acid, sorbic acid, dehydroacetic acid etc is added as for example antiseptic, but if, it is not a state where pH is low among these, there are also some where effectiveness isnot effective.

Because of that, to emulsion you adjust desired pH it is done by adding hydrochloric acid, citric acid, acetic acid or other acid as pH adjustment medicine.

エマルジョンが酸性になるのは、上記防腐剤としての安息香酸などの添加によることもある。

【0005】

エマルジョンの pH が変化して酸性になると、ミセル(界面活性剤分子の集合体)の集合状態、あるいは乳化剤の乳化性能に変化をきたし易く、相分離等となって安定性が不足する事態となる傾向がある。

もう一つの高温下における問題は、エマルジョンの運搬・貯蔵の過程において空調などの設備が不足している場合などにエマルジョンが高温下に曝される可能性があることから派生するものである。

高温下においては、ミセルの集合状態、乳化剤の乳化性能などに変化をきたし易く、エマルジョンの安定性が低下する傾向がある。

【0006】

前述した従来のショ糖脂肪酸エステルと各乳化剤との組合せによって得られたエマルジョンの場合にも、酸性もしくは高温下またはその両方において、エマルジョンの安定性が悪くなる傾向がみられるという欠点がある。

酸性でかつ高温下では、エマルジョンの安定性はより低下する傾向がある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、酸性もしくは高温下またはその両方において安定性の良好なエマルジョンを提供するものであり、化粧品、医薬品、農薬溶剤、粘接着剤、繊維または織物の防水剤、柔軟剤などの基材として有用なポリイソブチレンエマルジョンを提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】

即ち、本発明は、(A)粘度平均分子量 1~7 万のポリイソブチレン 100 重量部あたり、(B)一般式(I)で表される数平均分子量 1,500~80,000 のポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマー 1~40 重量部

As for emulsion becoming acidic, there is also a thing with benzoic acid or other addition as above-mentioned antiseptic.

[0005]

pH of emulsion changing, when it becomes acidic, it is easy to cause change to assembled state, of micelle (assembly of boundary surfactant molecule) or emulsifiability talent of the emulsifier, becoming phase separation, etc there is a tendency which becomes the situation where stability becomes insufficient.

problem in under high temperature of another when air conditioning or other facility is insufficient in process of conveyance & storage of emulsion etc, is something which derives from fact that it is possibility where the emulsion is exposed under high temperature.

In under high temperature, it is easy to cause change to emulsifiability talent etc of assembled state, emulsifier of micelle, there is a tendency where stability of emulsion decreases.

[0006]

TRANSLATION STALLED conventional  
sucrose emulsifier emulsion acidic high  
temperature both the emulsion stability tendency deficiency

And under high temperature, as for from stability of emulsion there is a tendency which decreases with acidic.

[0007]

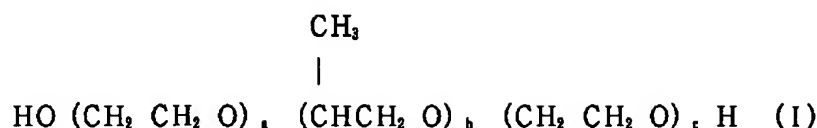
[Problems to be Solved by the Invention]

objective of this invention being something which offers satisfactory emulsion of stability in under or both acidic or high temperature, is to offer useful polyisobutylene emulsion as cosmetics, medical drug, pesticide solvent, adhesive, fiber or water repellent, plasticizer or other group material of woven article.

[0008]

[Means to Solve the Problems]

Namely, as for this invention, polyoxyethylene polyoxypropylene block polymer 1~40 parts by weight of number-average molecular weight 1,500~80,000 which is displayed with polyisobutylene per 100 parts by weight, (B) General Formula (I) of (A) viscosity average molecular weight 1~70,000



(式中、a、b、c はそれぞれ 1~700 の範囲の整数である)および

(C) ショ糖脂肪酸エステル 1~20 重量部

からなる固型分が 1~75 重量%であって残りが水からなるポリイソブチレンエマルジョンを提供するものである。

【0009】

以下、本発明をさらに説明する。

本発明でいう(A)成分のポリイソブチレンとは、ヘキサンなどの溶剤中のイソブチレンや、イソブチレンを含む石油精製における FCC(流動接触分解、Fluid Catalytic Cracking)からの C<sub>4</sub> 留分、ナフサクラッカーからの C<sub>4</sub> 留分などを塩化アルミニウム、フッ化ホウ素などのフリーデル・クラフツ触媒で重合して得られるものであって、常温で液状または粘稠半固体状である。

本発明に用いられるポリイソブチレンは、粘度平均分子量(フローリー法)1~7 万である。

粘度平均分子量が、7 万以上ではエマルジョンにすることが困難であり、例えできてもエマルジョンは不安定であり、また 1 万以下ではエマルジョンになるが、不安定であり好ましくない。

常温で固体のゴム状のポリイソブチレンでは乳化することが困難であるが、しかしゴム状であっても、より低分子量のポリイソブチレンと混合することにより、常温で液状または粘稠固体状となり、その粘度平均分子量が上記範囲にはいる限りにおいて使用することは可能である。

上記の基材としての要求性能からもポリイソブチレンの粘度平均分子量は 1~7 万である。

【0010】

本発明でいう(B)成分のポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマーとは、前記一般式(I)で表されるブロックポリマー型非イオン性界面活性剤である。

これは、たとえば酸化プロピレンを重合させたポリプロピレングリコールを得て、その両末端にある活性水素に酸化エチレンを付加重合させるこ

(In Formula, a, b, c is integer of range 1 - 700 respectively. )  
And

(C) sucrose fatty acid ester 1 - 20 parts by weight

solids content which consists of it is something which offers polyisobutylene emulsion where remainder consists of water from 1 - 75 weight% .

[0009]

Below, this invention furthermore is explained.

polyisobutylene of (A) component as it is called in this invention, isobutylene in hexane or other solvent and C<sub>4</sub> distillation fraction etc from C<sub>4</sub> distillation fraction、naphtha cracker from FCC (Flow catalytic cracking、Fluid catalytic Cracking) in the petroleum refining which includes isobutylene polymerizing with aluminum chloride、boron fluoride or other Friedel-Crafts catalyst, beingsomething which is acquired, it is a liquid state or a viscous semisolid state with ambient temperature.

polyisobutylene which is used for this invention is viscosity average molecular weight (Flory method) 1 - 70,000.

viscosity average molecular weight, with 70,000 or more makes emulsion, being difficult, it being possible to compare, emulsion with unstable, in addition with 10,000 or less becomes emulsion, but it is not desirable with unstable .

With polyisobutylene of rubbery of solid it emulsifies it is difficult with ambient temperature, but if but even with rubbery, it becomes the liquid state or viscous solid state with ambient temperature from by mixing with polyisobutylene of the low-molecular-weight, viscosity average molecular weight enters into above-mentioned range, it is possible to use in.

viscosity average molecular weight of polyisobutylene 1 - 70,000 is even from required performance as the above-mentioned substrate.

[0010]

polyoxyethylene polyoxypropylene block polymer of (B) component as it is called in this invention is block polymer type nonionic surfactant which is displayed with aforementioned General Formula (I) .

This obtaining polypropylene glycol which polymerized for example propylene oxide, is produced by addition polymerization designating ethylene oxide in active hydrogen

とにより製造される。

上記式(I)における、a、b および c は、それぞれ 1~700 の範囲の整数である。

好ましくは、a は 5~450、b は 15~700、c は 5~450 の範囲である。

上記ブロックポリマーの数平均分子量は、1,500~80,000 であり、好ましくは、10,000~30,000 である。

1,500 未満または 80,000 を越える数平均分子量では、エマルジョンの安定性が低下し易く好ましくない。

#### 【0011】

本発明でいう(C)成分のショ糖脂肪酸エステルとは、ステアリン酸、パルミチン酸、オレイン酸などの例えば硬化牛脂から得られる高級脂肪酸、および酢酸、イン酪酸などの低級脂肪酸などの脂肪酸とショ糖とのエステルであって、ショ糖を親水基とし、脂肪酸を疎水基としてエステル結合した非イオン性界面活性剤である。

このショ糖脂肪酸エステルの中でも HLB(親油基と親水基のバランスに基づく数値、Hydrophile Lipophile Balance)は 15 以上のものが好適である。

#### 【0012】

本発明において、上記ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマーおよびショ糖脂肪酸エステルの2つの非イオン性界面活性剤の配合量は、ポリイソブチレン 100 重量部当り、一般式(I)にて表されるポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマーの配合量は 1~40 重量部、好ましくは 10~30 重量部であり、ショ糖脂肪酸エステルの配合量は 1~20 重量部、好ましくは 2~10 重量部である。

一般式(I)にて表されるポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマーの配合量が 1 重量部未満、もしくは 40 重量部を越える場合、またはショ糖脂肪酸エステルの配合量が 1 重量部、もしくは 20 重量部を越える場合はいずれもエマルジョンの安定性が低下するので好ましくない。

#### 【0013】

上記 2 種の乳化剤は、単独では乳化剤の使用量が多く、エマルジョンの安定性に劣る。

which is as both ends.

a, b and c in above Formula (I) are integer of range 1 - 700 respectively.

As for preferably, a 5 - 450, as for b 15 - 700, as for c it is a range 5 - 450.

number-average molecular weight of above-mentioned block polymer, with 1,500 - 80,000, is the preferably, 10,000~30,000.

Under 1,500 or with number-average molecular weight which exceeds 80,000, stability of the emulsion to decrease is not desirable easily.

#### 【0011】

sucrose fatty acid ester of (C) component as it is called in the this invention, with ester of higher aliphatic acid, and acetic acid, isobutyric acid or other lower aliphatic acid or other aliphatic acid and sucrose which are acquired from stearic acid, palmitic acid, oleic acid or other for example hardened tallow, sucrose is designated as hydrophilic group, it is a nonionic surfactant which ester bond is done with aliphatic acid as hydrophobic group.

HLB (numerical value, Hydrophile Lipophile Balance which is based on balance of lipophilic group and hydrophilic group) those of 15 or greater is ideal even in this sucrose fatty acid ester.

#### 【0012】

Regarding to this invention, as for compounded amount of 2 nonionic surfactant of the above-mentioned polyoxyethylene polyoxypropylene block polymer and sucrose fatty acid ester, as for compounded amount of polyoxyethylene polyoxypropylene block polymer which is displayed with polyisobutylene per 100 parts by weight, General Formula (I) with 1 - 40 parts by weight, preferably 10~30 parts by weight, as for compounded amount of sucrose fatty acid ester they are 1 - 20 parts by weight, preferably 2~10 parts by weight.

When compounded amount of polyoxyethylene polyoxypropylene block polymer which is displayed with General Formula (I) under 1 part by weight, or it exceeds 40 parts by weight, or when compounded amount of sucrose fatty acid ester 1 part by weight, or it exceeds 20 parts by weight, because in each case the stability of emulsion decreases, it is not desirable.

#### 【0013】

As for emulsifier of above-mentioned 2 kinds, among alone the amount used of emulsifier is many, is inferior to stability of emulsion.

また、酸性もしくは高温下またはその両方において、エマルジョンの安定性が低下する傾向がある。

従って、上記乳化剤は、必ず併用しなければならない。

【0014】

本発明のエマルジョンは、ポリイソブチレンおよび上記 2 種の乳化剤からなる固形分を 1~75 重量%含むポリイソブチレンエマルジョンである。

残部は、水である。

【0015】

また、本発明のエマルジョンは前記 2 種の乳化剤を併用するものであるが、エマルジョンの製法は従来公知の製法によって得ることができる。

例えば、適宜の温度に加温して、ポリイソブチレンと前記 2 種の乳化剤を混合した後に、攪拌しながら徐々に水を添加することによりエマルジョンを製造することができる。

【0016】

本発明のポリイソブチレンエマルジョンは、酸性もしくは高温下、またはその両方においてもエマルジョンの安定性に優れる。

それ故、種々の用途、例えば化粧品・医薬品の材料、繊維・織物の防水剤、柔軟剤、農薬溶剤などに用いることができる。

特に、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマーやショ糖脂肪酸エステルは、衛生上安全であるので、これら 2 種の乳化剤を併用して得られたエマルジョンは衛生上の安全が問題となる化粧品・医薬品の材料に好適である。

【0017】

本発明のエマルジョンは、エマルジョンとして安定であれば、公知の他の乳化剤、酸化安定剤、充填剤、そのほか防腐剤、抗菌剤、殺菌剤および防ばい剤などの添加剤を適宜に含んでもよい。

【0018】

これらの防腐剤、抗菌剤、殺菌剤および防ばい剤には、例えばクエン酸、無水クエン酸、安息香酸、サリチル酸、ソルビン酸、デヒドロ酢酸、アスコルビン酸、L-アスパラギン酸、イソステアリン酸、イブシロンアミノカプロン酸、ウンデシレン

In addition, there is a tendency where stability of emulsion decreases in under or both acidic or high temperature.

Therefore, if it does not jointly use above-mentioned emulsifier, it is sure not to become.

【0014】

emulsion of this invention solid component which consists of emulsifier of the polyisobutylene and above-mentioned 2 kinds 1 - 75 weight% is polyisobutylene emulsion which is included.

remainder is water.

【0015】

In addition, emulsion of this invention is something which jointly uses emulsifier of aforementioned 2 kinds, but it can acquire production method of emulsion with production method of prior public knowledge.

Heating to for example appropriate temperature, after mixing emulsifier of the polyisobutylene and aforementioned 2 kinds, while agitating, it can produce emulsion by gradually adding water.

【0016】

polyisobutylene emulsion of this invention is superior in stability of emulsion in under, or both acidic or high temperature.

Therefore, you can use for water repellent, plasticizer, pesticide solvent etc of material, fiber \* woven article of various application, for example cosmetics \* medical drug.

Especially, because polyoxyethylene polyoxypropylene block polymer and sucrose fatty acid ester on the hygiene are safe, jointly using emulsifier of these 2 kinds, emulsion which it acquires is ideal in material of cosmetics \* medical drug where safety on hygiene becomes problem.

【0017】

If emulsion of this invention is stability as emulsion, other emulsifier, antioxidant, filler, of public knowledge in addition it is possible to include antiseptic, antibiotic, microbicide and the anti time agent or other additive appropriately.

【0018】

for example citric acid, anhydrous citric acid, benzoic acid, salicylic acid, sorbic acid, dehydroacetic acid, ascorbic acid, L-aspartic acid, isostearic acid, epsilon aminocaproic acid, undecenoic acid, erysorbic acid, oleic acid, glycyrrhinic acid, ;be -glycyrrhinic acid, succinic



酸、エリソルビン酸、オレイン酸、グリチルリチン酸、 $\beta$ -グリチルリチン酸、コハク酸、酒石酸、ステアリン酸、ソルビン酸、乳酸、パルミチン酸、氷酢酸、酢酸、ベヘニン酸、ミリスチン酸、無水ケイ酸、リン酸、ホウ酸、塩酸、希塩酸など「化粧品原料基準第二版注解(財団法人日本公定書協会編集、株式会社薬事日報社発行)」、「日本薬局方解説書(財団法人日本公定書協会編集、株式会社廣川書店発行)」に記載されている酸成分が用いられている。

これら酸成分の添加量は用途によって、その機能を発揮するのに十分な量を含有することができる。

#### 【0019】

前述のように防腐剤、抗菌剤、殺菌剤および防ばい剤の中には、pH によって、防腐・抗菌・殺菌・防ばいとしての効力が著しく変化する化合物もある。

このような場合には、その化合物に応じてエマルジョンの pH を調整する必要がある。

その pH の調整は、塩酸、希塩酸、クエン酸、無水クエン酸、酢酸、氷酢酸、酒石酸などに pH 調整剤として記載されている酸成分を用いて行うことができる。

#### 【0020】

例えば安息香酸、サリチル酸、ソルビン酸、デヒドロ酢酸のような化合物を防腐剤として用いる場合、希塩酸、クエン酸、無水クエン酸、酢酸、氷酢酸、酒石酸などの酸を pH 調整剤として用いて、エマルジョンの pH を 3~5 になるように調整することにより、これら薬剤の効能を発揮させることもできる。

pH 調整剤は、エマルジョン固形分に対し 0.05~0.10 重量%添加することができる。

#### 【0021】

本発明のポリイソブチレンエマルジョンが基材として用いることのできる前記化粧品とは、例えば、スタイリングスプレー、ムース、ローション、クリーム、コンディショナーおよびシャンプーなどのヘアスタイリング剤が挙げられる。

脂肪アルコール、毛髪コンディショニング剤および水または揮発性溶媒等を適宜混合することもできる。

acid, tartaric acid, stearic acid, sorbic acid, lactic acid, palmitic acid, glacial acetic acid, acetic acid, behenic acid, myristic acid, anhydrous silicic acid, phosphoric acid, boric acid, hydrochloric acid, dilute hydrochloric acid etc "Japanese Standards of Cosmetic Ingredients second edition note solution (Zaidan Hojin Japan official book society compilation and KK Yakuji Nippo Ltd. (DB 69-261-0090) issue)", acid component which is stated in "Pharmacopoeia Japonica interpretation (Zaidan Hojin Japan official book society compilation and KK Hirokawa Shoten issue)" issued for these antiseptic, antibiotic, microbicide and anti time agent.

addition quantity of these acid component with application, can contain sufficient amount in order to show function.

#### 【0019】

Aforementioned way, with pH, changes considerably there, is also a compound where effectiveness as anticorrosion \* antimicrobial \* sterilization \* anti time in antiseptic, antibiotic, microbicide and the anti time agent.

In this kind of case, it is necessary to adjust pH of emulsion according to compound.

You adjust pH, in hydrochloric acid, dilute hydrochloric acid, citric acid, anhydrous citric acid, acetic acid, glacial acetic acid, tartaric acid etc as pH adjustment medicine making use of acid component which is stated, it is possible.

#### 【0020】

When compound like for example benzoic acid, salicylic acid, sorbic acid, dehydroacetic acid it uses, as antiseptic it can also show efficacy of these drug by in order to become 3 - 5, adjusting the pH of emulsion as pH adjustment medicine using dilute hydrochloric acid, citric acid, anhydrous citric acid, acetic acid, glacial acetic acid, tartaric acid or other acid.

0.05 - 0.10 weight% it can add pH adjustment medicine, vis-a-vis emulsion solid component.

#### 【0021】

polyisobutylene emulsion of this invention aforementioned cosmetics which can use as the substrate, you can list for example styling spray, mousse, lotion, cream, conditioner and shampoo or other hair styling agent.

fatty alcohol, hair conditioning agent and it is possible also to mix water or volatile solvent etc appropriately.

【0022】

毛髪コンディショニング剤としては、陽イオンポリマー、揮発性または不揮発性のシリコン、四級化シリコン(例えば、T.H.Goldschmidt から商品名 ABILQUAT で市販されている材料)、ペルフルオロポリエーテル(例えば、Montefluos から商品名 FOMBLIN で市販されている材料)、タンパク質加水分解物および四級化タンパク質加水分解物などが挙げられる。

【0023】

ヘアスタイリング剤にはその他に、抗菌剤、亜鉛ピリジンチオンまたは Octopirox のようなフケ防止剤、増泡剤、真珠光沢剤、香料、染料、着色剤、防腐剤、粘度調節剤、タンパク質、緩衝剤、ポリオールおよび他の湿潤化剤、ハーブエキス、ミンクオイルまたは蜜のようなヘアスタイリング組成物に通常配合される他の成分も含むことができる。

こうして得られた上記の如きヘアスタイリング剤は、毛髪にハリおよび/またはスタイリングしやすさを付与すると同時に濡れた髪の梳き易さという利点を提供する。

【0024】

また、クリーム、ローションの如き化粧品に、本発明のポリイソブチレンエマルジョンを用いる場合は、タンパク質やシリコン油を肌触りを向上するために含有してもよい。

さらに、着色剤、香料および防腐剤のような少量ではあるが重要な他の機能的成分も通常、それぞれがその機能を発揮するのに十分な量で含有することができる。

適当な防腐剤としては p-オキシ安息香酸エステル並びにエチレンジアミンテトラ酢酸ナトリウムを挙げることができる。

【0025】

本発明のポリイソブチレンエマルジョンを用いたクリームやローション等の如き化粧品は、より心地良い化粧品特性を有し、乾燥肌の治療などに有効であり、個々の使用者の必要性および要望を満足するのに十分な量で皮膚に塗布することができる。

【0026】

さらに本発明のエマルジョンが使用できる医薬品またはその関連薬材としては、例えばはっぶ剤が挙げられる。

このはっぶ剤は、温湿布または冷湿布を施した

【0022】

As hair conditioning agent, cation polymer, volatile or nonvolatile silicone, quaternization silicone (material which from for example T.H.Goldschmidt is marketed with tradename ABILQUAT ), perfluoro poly- ether (material which from for example Montefluos is marketed with tradename FOM BLIN ), you can list protein hydrolysate and quaternization protein hydrolysate etc.

【0023】

In addition, a dandruff preventing agent, foaming agent, pearl brightener, fragrance, dye, colorant, antiseptic, viscosity regulator, protein, buffer, polyol and an other wetting conversion agent, herb extract, mink oil or like thehoney, also other component which is usually combined in kind of hair styling composition like antibiotic, zinc pyridine thione or Octopirox includes in hair styling agent , it is impossible .

In this way, as description above which is acquired hair styling agent comes and, when drape and/or styling ease is granted to hair, hair which gets wet simultaneously 梳 offers benefit, easiness.

【0024】

In addition, when polyisobutylene emulsion of this invention is used for cosmetics like cream, lotion, protein and silicone oil it is possible to contain the feeling on the skin in order to improve.

Furthermore, is trace like colorant, fragrance and antiseptic, but usually, because each one shows function to contain with sufficient amount it is possible also important other functional component.

p- hydroxybenzoic acid ester and ethylenediamine tetra sodium acetate can be listed as suitable antiseptic.

【0025】

A cream and lotion or other, kind of cosmetics which uses polyisobutylene emulsion of this invention has comfort better cosmetics characteristic, it is effective to treatment etc of the dry skin, with sufficient amount coating fabric is possible necessity of the individual user and because demand is satisfied to skin.

【0026】

Furthermore for example っぶ agent is listed as medical drug or that related medicine material which can use emulsion of the this invention.

It is something where this っぶ in order to administer

めに薬剤をあらかじめ伸縮性のある布地また不織布へ塗布、展延し、保護フィルムで被覆し、使用するときには保護フィルムを剥ぎとり患部に貼付するものである。

## 【0027】

そして、はっぷ剤の薬剤としては、ポリイソブチレンエマルジョンの単独あるいはこれに、ゼラチン、アラビアゴム、ポリビニルアルコール、メチルセルロースなどの高分子溶液あるいはエマルジョンを適宜に混合したものに、さらにカオリン、ベントナイトのような吸熱剤、尿素、グリセリン、プロピレングリコール、ソルビトール水溶液などの保水剤または塩化マグネシウムのようなアルカリ土類金属塩からなる吸湿剤、ホウ酸などの殺菌剤などを混合し、要すれば、ロジン、エステルガムなどの粘着付与剤を混合して、ペースト状となして、基材である布地などに塗布することによりはっぷ剤を製造することができる。

## 【0028】

かくの如く製造された本発明のポリイソブチレンエマルジョンを含むはっぷ剤は、皮膚に対する適度の密着性を有し、ダレも少なく、水分の蒸散防止および保水性も改善され、もちろん、前述の如く、衛生上安全であるのははっぷ剤として好適である。

その他、本発明のポリイソブチレンエマルジョンが基材として好ましく使用される用途としては、粘接着剤、繊維・織物の防水剤、柔軟剤、農薬溶剤が挙げられる。

## 【0029】

以上のように、酸性下でもエマルジョンの安定性が極めて良いために、酸性となして防腐剤などの薬剤を添加しても、これら薬剤の性能を最大限に発揮させることが可能である。

さらに、本発明のエマルジョンは高温下においても優れた安定性を示す。

そのため、夏期などの暑い時期に貯蔵・運搬中、温度上昇により、相分離を起こしたりして品質低下などの諸問題が生じるということもない。

## 【0030】

## 【実施例】

以下に、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明の主旨を逸脱しないかぎり本発明は実施例に限定されるものではない。

warmmoisture fabric or cold moisture fabric drug coating fabric、spreading/displaying extending does agent, to fabric, and the non-woven fabrics which beforehand have stretchability sheath does with protective film, when using, tears off protective film and takes and sticks in afflicted part.

## 【0027】

And, if alone of polyisobutylene emulsion or in this, furthermore it mixes the dessicant, boric acid or other microbicide etc which consists of alkaline earth metal salt like heat absorption agent, urea, glycerine, propylene glycol, sorbitol aqueous solution or other water holding agent or magnesium chloride like kaolin, bentonite (DANA 71.3.1a.1-2) to those which mix gelatin, gum arabic, polyvinyl alcohol, methylcellulose or other polymer solution or emulsion appropriately, つぶ as drug of agent, requires, mixing rosin, ester gum or other tackifier, the paste forming, In fabric etc which is a substrate depending つぶ can produce the agent in coating fabric doing.

## 【0028】

Like this as though is, polyisobutylene emulsion of this invention which is produced is included つぶ agent, to possess moderate adhesion for the skin, as though also drip is little, also vaporizing prevention and water retention of moisture are improved, of course, it is an earlier description, with on hygiene being safe it is ideal つぶ as the agent.

In addition, polyisobutylene emulsion of this invention you can list water repellent, plasticizer, pesticide solvent of the adhesive, fiber \* woven article as application which is used desirably as substrate.

## 【0029】

Like above, because stability of emulsion is good mastering, the acidic forming even under acidic, adding antiseptic or other drug, you show the performance of these drug it is possible in maximum limit.

Furthermore, emulsion of this invention in under high temperature shows stability which is superior.

Because of that, while storing & conveyance, phase separation happening in summer or other hot time with temperature rise, there are not either times when quality decrease or other problem occur.

## 【0030】

## 【Working Example(s)】

Below, this invention is explained concretely with Working Example, but gist of this invention if it does not deviate, this invention is not something which is limited in Working Example.

「エマルジョンの安定試験方法」以下におけるエマルジョンの安定試験は、調製したエマルジョンを表 2 に記載の温度雰囲気下で 30 日以上放置することにより相分離などのエマルジョンの状態を観察することにより行った。

## 【0031】

## (実施例 1)

5l のニーダーに粘度平均分子量 6 万のポリイソブチレン 1000g、下記のポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマー(乳化剤 1)150g およびショ糖脂肪酸エステル(乳化剤 2)30g を入れ、加温し 30 分間攪拌した。

ついで攪拌しながら合計 1320ml の水を徐々に添加して、乳液固形成分 40 重量%のエマルジョンを製造した。

組成を表 1 に示す。

この得られたエマルジョンの安定性試験を行った。

その結果を表 2 に示した。

乳化剤 1:ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマー

## Example.

It did stability test of emulsion in below "stability test method of emulsion", by observing state of phase separation or other emulsion by 30 days or more leaving under temperature atmosphere which states emulsion which is manufactured in Table 2.

## 【0031】

## (Working Example 1)

polyisobutylene 1000g、below-mentioned polyoxyethylene polyoxypropylene block polymer of viscosity average molecular weight 60,000 (emulsifier 1) 150 g and the sucrose fatty acid ester (emulsifier 2) you inserted 30 g in kneader of 5 l, heated and 30 min agitated.

While agitating next, adding water of total 1320 ml gradually, it produced emulsion of emulsion solid component 40 weight%.

composition is shown in Table 1.

This stability test of emulsion which is acquired was done.

Result was shown in Table 2.

emulsifier 1: polyoxyethylene polyoxypropylene block polymer

商品名:エバンU-108、第1工業製薬社製

tradename:Epan U - 108、Daiichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.

乳化剤	2	:ショ糖脂肪酸エステル
-----	---	-------------

emulsifier	2	:sucrose fatty acid ester
------------	---	---------------------------

1 工業製薬社製

1 industry medicine manufacture supplied

## 【0032】

## 【0032】

## (実施例 2)

## (Working Example 2)

実施例 1 で得られたエマルジョンにクエン酸 0.1 重量%添加し、このエマルジョンの安定性試験を行なった。

citric acid 0.1 weight% it added in emulsion which is acquired with Working Example 1, did stability test of this emulsion.

組成を表 1 に示す。

composition is shown in Table 1.

その安定性試験結果を表 2 に示した。

stability test result was shown in Table 2.

## 【0033】

## 【0033】

## (実施例 3)

## (Working Example 3)

乳化剤 1 を 300g とした以外は、実施例 1 に準じてエマルジョンを製造した。

Other than designating emulsifier 1 as 300 g, emulsion was produced according to Working Example 1.

このエマルジョンにクエン酸 0.1 重量%添加した。

組成を表 1 に示す。

このエマルジョンの安定性試験結果を表 2 に示した。

【0034】

(実施例 4)

乳化剤 1 を 100g とした以外は、実施例 1 に準じてエマルジョンを製造した。

このエマルジョンにクエン酸 0.1 重量%添加した。

組成を表 1 に示す。

このエマルジョンの安定性試験結果を表 2 に示した。

【0035】

(比較例 1)

実施例 1 の(乳化剤 1)150g のみとした以外は実施例 1 に準じてエマルジョンを製造した後、クエン酸 0.1 重量%添加し、そのエマルジョンの安定性試験を行なった。

組成を表 1 に示す。

エマルジョンの安定性試験結果を表 2 に示した。

【0036】

(比較例 2)

実施例 1 の(乳化剤 2)150g のみとした以外は実施例 1 に準じてエマルジョンを製造した後、クエン酸 0.1 重量%添加し、そのエマルジョンの安定性試験を行なった。

組成を表 1 に示す。

エマルジョンの安定性試験結果を表 2 に示した。

【0037】

(比較例 3)

実施例 1 の(乳化剤 2)30g、および下記に記載のポリオキシエチレンアルキルエーテル 150g を用いて実施例 1 に準じてエマルジョンを製造した。

このエマルジョンにクエン酸 0.1 重量%添加し、そのエマルジョンの安定性試験を行なった。

組成を表 1 に示す。

citric acid 0.1 weight% it added in this emulsion.

composition is shown in Table 1.

stability test result of this emulsion was shown in Table 2.

[0034]

(Working Example 4 )

Other than designating emulsifier 1 as 100 g, emulsion was produced according to Working Example 1.

citric acid 0.1 weight% addition it is in this emulsion.

composition is shown in Table 1.

stability test result of this emulsion was shown in Table 2.

[0035]

(Comparative Example 1 )

Other than make (emulsifier 1 ) only 150 g of Working Example 1, after producing the emulsion according to Working Example 1, citric acid 0.1 weight% it added, did stability test of the emulsion.

composition is shown in Table 1.

stability test result of emulsion was shown in Table 2.

[0036]

(Comparative Example 2 )

Other than make (emulsifier 2 ) only 150 g of Working Example 1, after producing the emulsion according to Working Example 1, citric acid 0.1 weight% it added, did stability test of the emulsion.

composition is shown in Table 1.

stability test result of emulsion was shown in Table 2.

[0037]

(Comparative Example 3 )

Making use of (emulsifier 2 ) 30 g, of Working Example 1 and polyoxyethylene alkyl ether 150g which is stated on description below emulsion was produced according to Working Example 1.

citric acid 0.1 weight% it added in this emulsion, did stability test of emulsion.

composition is shown in Table 1.

エマルジョンの安定性試験結果を表 2 に示した。

stability test result of emulsion was shown in Table 2.

ポリオキシエチレンアルキルエーテル						
polyoxyethylene alkyl ether						
C18H35-O-(CH2	-CH2	-O		) 8		H
-CH2 C18H35 - O -	-CH2	-O		) 8		H

商品名 ノイゲン ET-140(HLB 14)、(第一工業製薬社製)

tradename Noigen ET-140 (HLB 14 ), (Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co. Ltd. (DB 69-055-7798 ) supplied )

【0038】

【0038】

(比較例 4)

(Comparative Example 4 )

実施例 1 の(乳化剤 2)30g、および下記に記載のポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート 30g を用いて実施例 1 に準じてエマルジョンを製造した。

Making use of (emulsifier 2 ) 30 g、 of Working Example 1 and polyoxyethylene sorbitan monolaurate 30g which is stated on description below emulsion was produced according to Working Example 1.

このエマルジョンにクエン酸 0.1 重量%添加し、安定性試験を行なった。

citric acid 0.1 weight% it added in this emulsion, did stability test.

組成を表 1 に示す。

composition is shown in Table 1.

エマルジョンの安定性試験結果を表 2 に示した。

stability test result of emulsion was shown in Table 2.

ポリオキシエチレンソルビタンモノ			ラウレート		
polyoxyethylene sorbitan mono			laurate		
酸化エチレン	20モル付加体				
ethylene oxide	20 mole addition compound				

社製)

supplied)

【0039】

【0039】

(比較例 5)

(Comparative Example 5 )

実施例 1 の(乳化剤 2)30g、および下記に記載の液状ドデシルベンゼンスルホン酸塩 30g を用いて実施例 1 に準じてエマルジョンを製造した。

Making use of (emulsifier 2 ) 30 g、 of Working Example 1 and liquid state dodecylbenzene sulfonate 30 g which is stated on description below emulsion was produced according to Working Example 1.

このエマルジョンにクエン酸 0.1 重量%添加し、安定性試験を行なった。

citric acid 0.1 weight% it added in this emulsion, did stability test.

組成を表 1 に示す。

composition is shown in Table 1.

エマルジョンの安定性試験結果を表 2 に示した。

stability test result of emulsion was shown in Table 2.

液状ドデシルベンゼンスルホン酸塩

liquid state dodecylbenzene sulfonate

トリエタノールアミンによるアンモニウム塩

With triethanolamine ammonium salt

商品名 ネオゲンT、(第一工業製薬社製)

tradename neo gene T、(Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co. Ltd. (DB 69-055-7798 ) supplied )

【0040】

(比較例 6)

実施例 1 の(乳化剤 2)30g、およびポリオキシエチレンラウリルエーテル 30g を用いて実施例 1 に準じてエマルジョンを製造した。

このエマルジョンにクエン酸 0.1 重量%添加し安定性試験を行なった。

組成を表 1 に示す。

エマルジョンの安定性試験結果を表 2 に示した。

ポリオキシエチレンラウリルエーテル

商品名 ノイゲン YX-400(HLB 20)、(第一工業製薬社製)

【0041】

【表 1】

[0040]

(Comparative Example 6 )

Making use of (emulsifier 2 ) 30 g、 and polyoxyethylene lauryl ether 30g of Working Example 1 emulsion was produced according to Working Example 1.

citric acid 0.1 weight% it added in this emulsion and did stability test.

composition is shown in Table 1.

stability test result of emulsion was shown in Table 2.

polyoxyethylene lauryl ether

tradename Noigen YX-400 (HLB 20 ), (Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co. Ltd. (DB 69-055-7798 ) supplied )

[0041]

[Table 1]

## エマルジョン組成

		組 成				
		PIB (重量部)	乳 化 剤 (重量部)			クエン酸 <sup>*1</sup> (重量%)
			B	C	その他	
実 施 例	1	100	15	3	—	—
	2	100	15	3	—	0.1
	3	100	30	3	—	0.1
	4	100	10	3	—	0.1
比 較 例	1	100	15	—	—	0.1
	2	100	—	15	—	0.1
	3	100	—	3	a) 15	0.1
	4	100	—	3	b) 3	0.1
	5	100	—	3	c) 3	0.1
	6	100	—	3	d) 3	0.1

PIB：ポリイソブチレン、粘度平均分子量6万

B：ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマー

C：シロ糖脂肪酸エステル

その他：B、C以外の乳化剤

a) ポリオキシエチレンアルキルエーテル

b) ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート

c) 液状ドデシルベンゼンスルホン酸塩

d) ポリオキシエチレンラウリルエーテル

\*1：エマルジョンに対しての重量%

【0042】

[0042]

【表 2】

[Table 2]



## 安定性試験結果

温 度 (℃)		室 温	3 7	4 5	7 0
実 施 例	1	◎	◎	◎	○
	2	◎	◎	◎	○
	3	◎	◎	○	○
	4	◎	◎	◎	○
比 較 例	1	△	×	×	×
	2	△	×	×	×
	3	△	×	×	×
	4	◎	×	×	×
	5	○	×	×	×
	6	◎	×	×	×

◎：30日間以上安定

○：10日間安定

△：1～2日間安定

×：直ちに、または1～2日後に相分離

【0043】

## 【発明の効果】

本発明のポリイソブチレンエマルジョンは、酸性下もしくは高温下またはその両方における安定性が極めて優れており、しかも各成分が衛生上安全なエマルジョンである。

そのため、化粧品、医薬品、農薬、粘接着剤、繊維・織物の防水剤、柔軟剤などの基材として使用するに好適である。

[0043]

## [Effects of the Invention]

As for polyisobutylene emulsion of this invention, stability in under acidic or under or both high temperature quite to be superior, furthermore each component is safe emulsion on hygiene.

Because of that, you use it is ideal as water repellent, plasticizer or other group material of the cosmetics, medical drug, pesticide, adhesive, fiber \* woven article.

